

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2E Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 7 Juni 2021 Halaman : 1 dari 5
CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) DENGAN METODE DESTRUKSI CARA BASAH MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM NYALA		

Disetujui oleh :  Kepala Seksi SS	Diajukan oleh :  Penyelia
--	--

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2E Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 7 Juni 2021 Halaman : 2 dari 5
CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) DENGAN METODE DESTRUksi CARA BASAH MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM NYALA		

1. Prinsip

Partikel di udara ambien ditangkap dengan menggunakan alat HVAS dan media penyaring atau filter. Timbal yang terkandung di dalam partikel tersuspensi tersebut didestruksi dengan menggunakan pelarut asam, kemudian diukur dengan alat SSA nyala

2. Pereaksi

- a. asam nitrat (HNO₃) pekat
- b. asam klorida pekat
- c. larutan asam nitrat HNO₃ (2+98)

Masukkan kurang lebih 200 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1000 mL. Tambahkan ke dalamnya 20 mL HNO₃ pekat dan kemudian tepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera 1000 mL, larutan dihomogenkan

- d. larutan asam klorida HCl (1+2)
- Masukkan kurang lebih 300 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1000 mL. Tambahkan ke dalamnya 300 mL HCl pekat dan kemudian tepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera 900 mL, larutan dihomogenkan
- e. gas asetilen;
- f. air bebas
- g. Hidrogenperoksida pekat;
- h. larutan induk timbal 1000 µg/L.

3. Peralatan

- a. SSA-Mercury Analyzer
- b. pemanas listrik yang dilengkapi pengatur suhu
- c. labu ukur 50 mL; 100 mL dan 1000 mL;
- d. gelas piala 200 mL atau 250 mL dan 1000 mL

**CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) DENGAN METODE DESTRUksi CARA BASAH
MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM NYALA**

- e. gelas ukur 100 mL dan 1000 mL
- f. pipet volumetrik
- g. kaca arloji;
- h. kertas saring berpori 80 μm diameter 125 mm atau 110 mm;
- i. alat pemotong dari keramik;
- j. corong gelas;

4. Persiapan Pengujian

a. Pembuatan larutan standar Pb 100 $\mu\text{g/L}$

- 1. pipet 10 mL larutan induk timbal 1000 $\mu\text{g/L}$ ke dalam labu ukur 100 mL;
- 2. tepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera lalu homogenkan

b. Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

- 1. buat deret larutan kerja dalam labu ukur 50 mL dengan 1 blanko dan minimal 3 kadar berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran, dimana standar larutan kerja terendah merupakan limit deteksi metode
- 2. atur alat SSA nyala dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk penguji
- 3. aspirasikan larutan deret standar satu persatu ke dalam alat SSA nyala melalui pipa aspirat
- 4. buat kurva kalibrasi antara serapan dan konsentrasi Pb

5. Pengujian Contoh Uji

- a. Siapkan kertas filter yang berasal dari pengujian partikel TSP sesuai dengan SNI 7119:3
- b. Ukur dan catat Panjang dan lebar filter yang terpapar debu (mm) hitung luasnya mm^2
- c. Potong kertas filter menjadi 4 bagian sama kemudian hitung dan catat luasnya mm^2
- d. ambil satu bagian potongan filter tersebut sebagai contoh uji dan masukkan ke dalam gelas piala (diberi kode A)
- e. tambahkan 60 mL larutan HCl 1:2
- f. tambahkan 5 mL H_2O_2 pekat dan tutup mulut gelas piala A dengan kaca arloji

**CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) DENGAN METODE DESTRUKSI CARA BASAH
MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM NYALA**

- g. letakkan gelas piala A di atas pemanas listrik dan panaskan contoh uji selama kurang lebih 1 jam pada suhu 105 °C
- h. turunkan contoh uji dari pemanas dan biarkan mencapai suhu kamar
- i. tambahkan kembali 5 mL H₂O₂ pekat dan lanjutkan pemanasan gelas piala bertutup kaca arloji di atas pemanas listrik selama 30 menit
- j. dinginkan contoh uji dan kemudian lakukan penyaringan
- k. saring contoh uji dengan kertas saring, residu kertas saring tetap terdapat dalam gelas piala A dan tampung filtrat pada gelas piala diberi kode B
- l. tambahkan kembali 50 ml HCl 1+2 ke dalam gelas piala A, tutup dengan kaca arloji dan lakukan pemanasan selama 30 menit
- m. dinginkan contoh uji dan lakukan penyaringan kembali
- n. satukan filtrat dalam gelas piala B
- o. panaskan filtrat dalam gelas piala B sampai mendekati kering (sisa cairan tinggal sedikit) yang ditandai dengan terbentuknya kristal atau garam pada dinding gelas piala B
- p. tambahkan 10 mL HNO₃ (2+98) ke dalam piala gelas B lanjutkan pemanasan selama beberapa menit sampai seluruh residu terlarut
- q. dinginkan dan saring contoh uji tampung filtrat dalam labu ukur 50 ml
- r. bilas gelas piala B dengan HNO₃ (2+98) kemudian hasil bilasan dimasukkan kembali ke dalam labu ukur 50 mL
- s. tepatkan isi labu ukur sampai tanda tera dengan HNO₃ (2+98) dan homogenkan
- t. contoh uji siap dianalisis dengan SSA nyala
- u. lakukan langkah butir a sampai t untuk pengujian blanko
- v. aspirasikan larutan contoh uji ke dalam SSA nyala. Bila serapan contoh uji lebih rendah dari nilai serapan larutan standar dengan konsentrasi terendah, maka ulangi langkah butir d sampai dengan t dengan menggunakan keseluruhan bagian potongan filter terpapar yang tersisa

**CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) DENGAN METODE DESTRUKSI CARA BASAH
MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM NYALA**

6. Perhitungan

$$C_{Pb} = \frac{(Ct - Cb) \times Vt \times S/St}{V}$$

C_{Pb} = kadar Pb di udara $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$

C_t = kadar Pb dalam larutan contoh uji

C_b = Kadar Pb dalam larutan blanko

V_t = Volume larutan contoh uji

S = Luas contoh uji yang terpapar debu pada permukaan filter (mm^2)

S_t = Luas contoh uji yang digunakan (mm^2)

V = Volume udara yang dihisap pada kondisi normal 250C, 760 mmHg (Nm^3)

Volume udara yang dihisap dihitung berdasarkan perhitungan pada saat pengambilan contoh uji partikel tersuspensi total di udara ambien

7. Pengendalian Mutu

- a) Gunakan bahan kimia pro analisis (pa).
- b) Gunakan alat gelas terkalibrasi dan bebas kontaminasi.
- c) Gunakan alat SSA yang telah dilakukan uji kinerja
- d) Perhitungan koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- e) Lakukan analisis blanko sebagai control kontaminasi

9. Acuan

SNI 7119-4:2017